

CARACTERIZACIÓN ACÚSTICA DEL COMPORTAMIENTO VISCOELÁSTICO Y DE SU EFECTO EN LA INTERFACE FIBRA-MATRIZ

J. Cauich-Cupul, A. Valadez-González, y P. Herrera-Franco*.

*Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C., Unidad de Materiales
Calle 43 # 130 Col. Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida Yucatán México, pherrera@cicy.mx*

Resumen

Materiales compuestos modelo de una sola fibra de carbón y resina epóxica se sometieron a ambientes con varios porcentajes de humedad relativa. El efecto de la absorción de humedad en las propiedades mecánicas de la matriz fue caracterizado por medio de pruebas de tensión y dinámico mecánicas. El efecto de la humedad en la interface fibra-matriz se estudio por la pérdida de capacidad de transmisión de cargas de la matriz a la fibra resultante de la degradación interfacial, a través de la detección de señales acústicas provenientes de sitios de iniciación de microfallas en la interface fibra-matriz y en la matriz. Dicha pérdida de capacidad de transmisión de cargas se determinó siguiendo el proceso de fragmentación de la fibra embebida en la matriz. La longitud de los fragmentos de fibra se midió calculando las distancias que las señales acústicas viajaban desde su fuente hasta un par de sensores situados en la probeta. La velocidad de propagación de la señal fue afectada por el cambio de propiedades mecánicas de la matriz, específicamente por variaciones del módulo elástico. Se utilizó el diferencial de tiempos de llegada entre los sensores situados a una distancia conocida del sitio de origen de la señal acústica.

Introducción

Las resinas epóxicas son ampliamente usadas como matrices para materiales compuestos estructurales, adhesivos, y recubrimientos orgánicos debido a sus excelentes propiedades mecánicas. Sin embargo, se sabe que estas propiedades son fuertemente afectadas por la absorción de humedad, la cual resulta en una disminucuión en la temperatura de transición vítrea T_g , y un cambio de rigidez.

El método de Emisión Acústica (EA) es prueba no destructiva de alta sensibilidad, que utiliza micrófonos pequeños (sensores) que son adheridos en la muestra a ser probada. Cuando un material es esforzado y se producen microfallas en él, el cambio súbito en la geometría del material produce un cambio en la energía de deformación y parte de la energía liberada se convierte en una señal de acústica que puede ser detectada y analizada por los sensores. En este estudio, a partir de las señales acústicas, se determinó tanto la velocidad de propagación acústica en el material, cuyas propiedades mecánicas fueron afectadas por la absorción de humedad y la integridad interfacial fibra-matriz en un sistema resina epóxica y fibra de carbón por medio de las longitudes críticas de fragmentos de fibra.

Sección Experimental

Materiales y muestras

Se utilizó una resina epóxica de Diglicidil Eter de Bisfenol A (DGEBA), Epon 828 de shell Co., como agente de curado se utilizó Metafenilén diamina (mPDA), de Aldrich y fibras de carbón tipo IM7 de Excel Corporation. Como agente de acoplamiento se utilizó el silano 3-glycidoxy propyltrimethoxysilane, Z6040 de Dow Corning. Las probetas para tensión se fabricaron de acuerdo a la geometría recomendada por ASTM D638, con dimensiones de 63 x 3.96 x 1.61 mm en moldes de silicón. Se mezcló la resina

epóxica con el agente de curado utilizando una relación estequiométrica de 14.5 partes por cien partes de la resina epóxica. El curado se realizó en una estufa marca Squaroid, Modelo 3608-5, durante 2 horas a 75° C y 2 horas a 175° C, y se enfrió hasta temperatura ambiente en un período de 12 horas.

Acondicionamiento de muestras.

Las muestras fueron acondicionadas en un ambiente de humedad relativa controlada de 25 %, 55 % y 95 %, a una temperatura constante de 25° C. Para crear los ambientes con una humedad relativa específica se utilizaron diferentes sales saturadas de acuerdo a las normas estándar ASTM E104-51, y E 104-85 [37, 38]; tanto temperatura como humedad relativa se monitorearon por medio de un Higrómetro digital situado en cada una de las cámaras ambientales. El porcentaje de absorción de humedad, se determinó cada determinado tiempo la diferencia de pesos en las muestras hasta que estas adquirieron un peso constante.

Pruebas Mecánicas

Las pruebas a tensión se realizaron en una máquina de pruebas mecánicas universales marca SHIMADZU, modelo AGI-100KN. Para la prueba se utilizó una velocidad constante de 5 mm/min, de acuerdo a la norma ASTM D638.

Las pruebas dinámicas se realizaron en un analizador dinámico mecánico marca TA Instrument 2980, utilizando el sistema para tensión con muestras rectangulares de 12.0 x 2.5 x 0.5 mm. La rampa de calentamiento fue de 5°C por minuto con un rango de calentamiento de 30 a 250°C y a una frecuencia constante de 5 Hz.

Determinación de la velocidad de propagación de la señal acústica.

La velocidad de propagación de una señal acústica a los diferentes porcentajes de absorción de humedad se midió utilizando dos transductores piezoeléctricos (sensores 1 y 2) con un área efectiva de 17.795 mm² que se sujetaron en ambos extremos de la muestra, y para asegurar buen contacto entre sensor y la superficie de la muestra se utilizó grasa de silicón. Se produjo una entalladura de 0.5 mm de profundidad en un costado de la muestra, situada a una distancia de 4.88 mm del sensor 1 y de 9.88 mm del sensor 2 (ver la figura 1) al centro de la muesca.

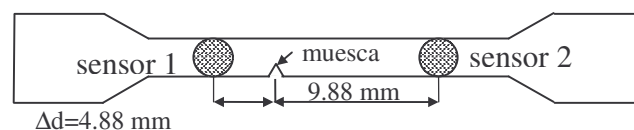


Figura 1. Probeta para determinación de velocidad de propagación de la señal acústica y de logitud de fragmentos de fibra.

Para determinar la velocidad de propagación promedio V de la señal acústica se realizaron pruebas de tensión en un microtensómetro modelo Minimat, equipado con una celda de carga de 1000 N, a una velocidad constante de 0.02 mm/min. La señal al producirse la grieta, fue detectada por los sensores y analizada por medio del programa MITRA. V se calculó con la diferencia de los tiempos de arribo (Δt), que se registraron entre ambos sensores al iniciarse el primer evento de fractura de la muestra. La velocidad de propagación de la señal se determinó por medio de la ecuación:

$$V = \frac{\Delta d}{\Delta t}$$

Donde V es la velocidad promedio de propagación de la señal, Δd es la diferencia de distancias entre la entalla y los sensores y Δt es la diferencia de tiempos de arribo de la señal acústica a los sensores. La velocidad de propagación se calculó para cada porcentaje de humedad relativa.

Determinación del módulo de Young por medio de señales acústicas

Basándose en el hecho de que la velocidad de propagación de una onda en un medio es función del material mismo, además de parámetros geométricos, frecuencia dominante de la señal emitida, y más importa aún, la deformación en el material, se tiene que

$$\sigma_{xx} = \left(\frac{E}{c_o} \right) \frac{\partial u}{\partial t} = \rho c_o \frac{\partial u}{\partial t} \quad \text{ó} \quad E = \frac{\sigma^2}{V^2} \rho$$

Esta ecuación muestra que existe una relación lineal entre el esfuerzo en cualquier punto del material y la velocidad de partícula, la relación entre ellas es ρc_o , correspondiente a la impedancia característica del material. En esta relación, σ_{xx} es el esfuerzo de tensión aplicado, ρ es la densidad del material y c_o , Es la velocidad promedio de propagación de la señal acústica.

Resultados y discusión

La figura 2 muestra la cinética de absorción de humedad de la resina epóxica en función del tiempo de exposición y las humedades relativas de 25 %, 55 % y 95 %. Al 25% de humedad relativa existe un ligero incremento de la humedad absorbida y después de 40 días se estabiliza alrededor del 0.15%.

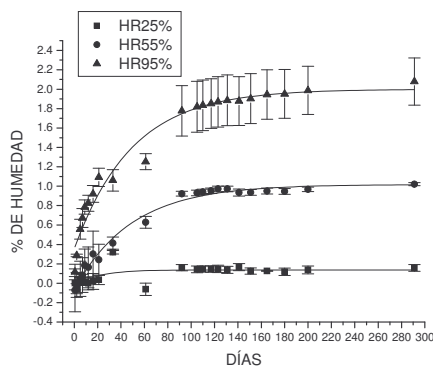


Figura 2. Cinética de absorción de humedad en función del tiempo.

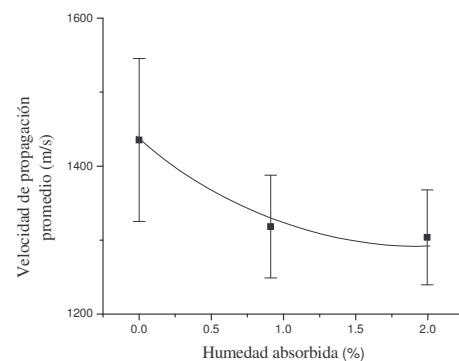


Figura 3. Velocidad de propagación promedio de la señal acústica en función de la humedad absorbida

Al 55% de HR la humedad absorbida es mayor y al inicio de la prueba se observa un rápido incremento de la humedad absorbida durante los primeros 20 días y después, la tasa de absorción disminuye gradualmente hasta los 110 días y, a partir de ahí, se estabiliza en un nivel máximo del 1%. Al 95% de HR la tasa de absorción de humedad se incrementa

rápidamente durante los primeros 20 días, y posteriormente, la rapidez de absorción disminuye gradualmente hasta alcanzar un contenido máximo del 2% a los 150 días.

La figura 3 muestra el comportamiento de la velocidad de propagación promedio de la señal acústica por efecto de la exposición una humedad relativa del 95%. Se observa que a una absorción del 2% de humedad, la velocidad de propagación de la señal acústica en el material disminuye aproximadamente un 22.72%, como resultado del efecto de la plastificación de la matriz.

La figura 4 se muestra el efecto de la absorción de humedad en el módulo elástico de la resina epóxica por exposición a ambientes con HR de 25%, 55% y 95% por 290 días.

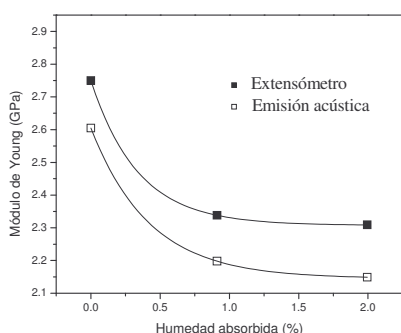


Figura 4. Comparación de módulo elástico Determinados por medio de extensómetro y emisión acústica

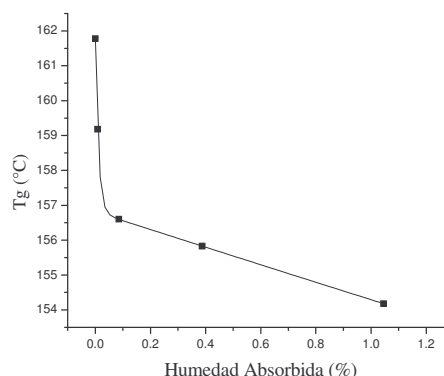


Figura 5. Tg de la resina epóxica versus Humedad absorbida

El valor del módulo elástico medido por medio de un extensómetro bajo condiciones casi-estáticas, coincide bien con el valor obtenido de la ecuación en función de la velocidad de promedio de propagación de la señal acústica. La humedad afecta sustancialmente la rigidez de la resina epóxica. Se puede observar en la figura 5 que la caída súbita de la Tg con porcentajes de humedad relativamente pequeños; continúa disminuyendo de forma menos drástica, hasta estabilizarse por encima de los 2.1 GPa para contenidos de humedad mayores al 1.6%. La degradación de las propiedades mecánicas de las resinas epóxicas por absorción de humedad se asocia con el daño micromecánico inducido por la humedad absorbida. La disminución en las propiedades, ocasionada por las interacciones entre el agua y el polímero, se convierte en un fenómeno rápido y poderoso, que sigue una estabilidad aparente en el primer estado de difusión. Después de la absorción de moléculas de agua en el primer sitio de hidratación, disminuye la fuerte tendencia de la red a absorber humedad y se produce una relativa estabilización. Se puede observar al inicio una disminución de hasta 5.5°C en la Tg, aproximadamente a una absorción de humedad de 0.1%, posteriormente desciende en forma lineal hasta el 1% de humedad absorbida, representando aproximadamente el 5% de pérdida en sus propiedades térmicas. La Tg revela diferentes grados de plastificación del material. Conforme mayor es la disminución de la Tg, mayor es la plastificación.

La resistencia interfacial entre la resina epóxica y una fibra de carbón se muestra en las figuras 6 y 7. Es evidente que el efecto de la disminución de las propiedades de rigidez de la resina tiene un efecto considerable en el nivel de adherencia entre fibra y matriz

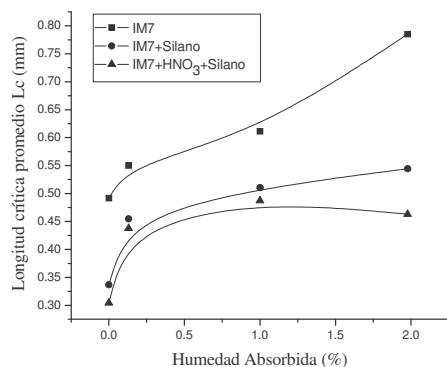


Figura 6. Longitud crítica de los fragmentos De fibra de carbono en función de la humedad Absorbida para distintas condiciones Inter.-Faciales fibra-matriz

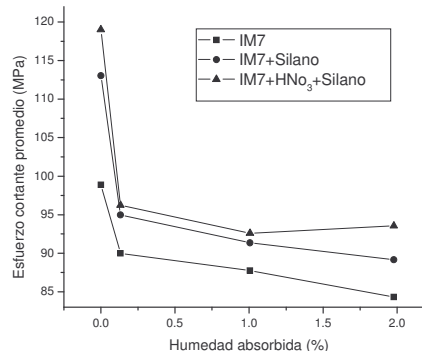


Figura 7. Esfuerzo cortante promedio vs el % de humedad absorbida para distintos tratamientos superficiales a la fibra.

Conclusiones

El módulo elástico de la resina epóxica mostró una disminución hasta el 1.6% con el contenido de humedad absorbida. La temperatura de transición vítrea medida con pruebas dinámico-mecánicas mostró una disminución con la humedad absorbida. La velocidad de propagación de una señal acústica es función proporcional del esfuerzo aplicado y de la deformación en el material. Luego, utilizando el esfuerzo aplicado se determinó la velocidad de propagación promedio de la señal acústica, obteniéndose valores similares a los obtenidos por medio de pruebas casi-estáticas de tensión con un extensómetro. La disminución en el valor del módulo elástico por absorción de humedad afectó la capacidad de transmisión de cargas entre fibra de carbono y matriz polimérica y el deterioro en dicha capacidad fue evidente por los valores de longitud crítica de fibras medidas por medio de la prueba de fragmentación de una sola fibra. El cálculo de resistencia interfacial se realizó utilizando el modelo micro-mecánico propuesto por Cox y se observó que los tratamientos con silano realizados a la fibra de carbono, el IM7 + HNO₃ + Silano mejoró la adhesión interfacial en el material compuesto fibra-matriz, mostrando longitudes críticas más pequeñas.

Referencias

1. L. T. Drzal and P. J. Herrera-Franco, "Composite fiber-matrix bond tests", "Engineered Materials Handbook", Ed. ASM International, E.U.A. Pág. 391 a 405, 1991.
2. Cauch-Cupul J., A. Valadez-González, M. V. Moreno-Chulín y P. J. Herrera-Franco, Influencia de la humedad absorbida sobre las propiedades de la interface resina epóxica/fibra de carbono., Memorias del II International Conference on Science and Technology of Composite Materials y XVI National Meeting of the Mexican Polymer Society, COMAT, Mérida, Yucatán, México, pp. 9-10, 2003.